

Cara uji kimia – Bagian 13: Penentuan Tembaga (Cu) dan Seng (Zn) pada produk perikanan



© BSN 2014

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Prinsip.....	2
4 Peralatan	2
5 Pereaksi.....	3
6 Preparasi contoh.....	3
7 Prosedur	3
8 Perhitungan	4
9 Pelaporan	5
10 Keamanan dan keselamatan kerja	5
Lampiran A (informatif) Verifikasi penentuan Cu dan Zn.....	6
Bibliografi	9

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang metode uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 65-05 Produk Perikanan, yang telah dirumuskan melalui rapat-rapat teknis, dan terakhir disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 2 September 2013 di Bandung dihadiri oleh wakil produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi serta instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan

Berkaitan dengan penyusunan Standar Nasional Indonesia ini, maka aturan-aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

1. Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
2. Undang-Undang Nomor 45 Tahun 2009 tentang Perubahan atas Undang-Undang Nomor 31 Tahun 2004 tentang Perikanan.
3. Undang-Undang Nomor 18 Tahun 2012 tentang Pangan.
4. Peraturan Pemerintah Nomor 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan.
5. Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air.
6. Peraturan Pemerintah Nomor 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu dan Gizi Pangan.
7. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor KEP.06/MEN/2002 tentang Persyaratan dan Tata Cara Pemeriksaan Mutu Hasil Perikanan yang Masuk ke Wilayah Republik Indonesia.
8. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor KEP.01/MEN/2007 tentang Persyaratan Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan pada Proses Produksi, Pengolahan dan Distribusi.
9. Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI Nomor HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemarkan Mikroba dan Kimia dalam Makanan.
10. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.19/MEN/2010 tentang Pengendalian Sistem Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan.
11. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.15/MEN/2011 tentang Pengendalian Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan yang Masuk ke dalam Wilayah Negara Republik Indonesia.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 8 November 2013 sampai dengan 6 Januari 2014 dengan hasil akhir RASNI.

Cara uji kimia – Bagian 13 : Penentuan Tembaga (Cu) dan Seng (Zn) pada produk perikanan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan metode penentuan Tembaga (Cu) dan Seng (Zn) pada produk perikanan dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan pengabuan kering atau destruksi sistem digesti gelombang mikro (*Microwave Digestion System*).

2 Istilah dan definisi

2.1

atomisasi

proses pelepasan suatu atom dari suatu senyawa dengan bantuan energi panas yaitu nyala api (*flame*) atau *graphite furnace*

2.2

digesti

proses destruksi jaringan daging dengan bantuan panas dan asam untuk melepaskan unsur-unsur logam

2.3

produk perikanan

ikan termasuk biota perairan lainnya yang ditangani dan atau diolah untuk dijadikan produk akhir yang berupa ikan segar, ikan beku dan olahan lainnya yang digunakan untuk konsumsi manusia

2.4

produk basah

produk perikanan yang memiliki kadar air diatas 75%

2.5

produk semi basah

produk perikanan yang memiliki kadar air antara 40% - 60%

2.6

produk kering

produk perikanan yang memiliki kadar air maksimal 20%

2.7

air deionisasi (*deionized water*)

air yang mempunyai daya resistensinya $\geq 18 \text{ M}\Omega/\text{cm}$

2.8

blanko pereaksi

blanko dari semua reagen yang digunakan selama proses preparasi

2.9

spiked sample

contoh yang ditambahkan dengan standar dalam jumlah dan konsentrasi yang disesuaikan dengan jumlah analit dalam sampel

3 Prinsip

3.1 penentuan dengan pengabuan kering

Unsur Cu dan Zn dilepaskan dari jaringan daging contoh dengan cara digesti kering (pengabuan) pada suhu 450 °C. Abu yang mengandung logam selanjutnya dilarutkan dalam asam klorida (HCl) 6 M dan asam nitrat (HNO₃) 0,1 M secara berurutan. Larutan yang dihasilkan selanjutnya diatomisasi pada nyala api yang berasal dari udara dan asetilen. Atom-atom unsur Cu dan Zn berinteraksi dengan sinar dari lampu Cu dan Zn. Interaksi tersebut berupa serapan sinar yang besarnya dapat dilihat pada tampilan (monitor) spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrofotometer*). Jumlah serapan sinar sebanding dengan konsentrasi unsur Cu dan Zn tersebut.

3.2 penentuan dengan sistem digesti gelombang mikro (*Microwave Digestion System*)

Unsur Cu dan Zn dilepaskan dari jaringan daging contoh melalui proses digesti dengan HNO₃ 65% dan H₂O₂ di bawah tekanan dalam bejana tertutup dan dipanaskan dengan gelombang mikro (*microwave*). Larutan yang diperoleh kemudian diencerkan dengan air deionisasi, selanjutnya unsur Zn dan Cu ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrofotometer*).

4 Peralatan

- a) Aluminium foil;
- b) Blender/*homogenizer*;
- c) Botol polipropilen;
- d) Cawan porselen bertutup;
- e) Corong plastik;
- f) Desikator;
- g) Gelas beaker;
- h) Gelas ukur;
- i) *Hot plate*;
- j) *Labu takar* 50 ml (polipropilen) dan 1 000 ml;
- k) *Labu takar* 100 ml;
- l) *Microwave Digestion System*;
- m) Mikropipet;
- n) Pipet tetes;
- o) Pipet volumetrik 10 ml, 5 ml dan 1 ml;
- p) Pisau;
- q) *Refrigerator* atau *freezer*;
- r) Sendok plastik;
- s) Seperangkat alat Spektrofotometer Serapan Atom dengan nyala (*Flame Atomic Absorption Spectrophotometer*);
- t) Tabung sampel (*vessel*);
- u) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- v) Tungku pengabuan (*furnace*);
- w) *Vortex*;
- x) Wadah polistiren.

CATATAN Semua peralatan gelas yang digunakan harus terlebih dahulu direndam dalam HNO₃: air deionisasi (1 : 9) kemudian dibilas dengan air deionisasi

5 Perekasi

- a) HCl 37 %;
- b) HCl 6 M;
Encerkan 500 ml HCl 37 % dengan air deionisasi dan tepatkan menjadi 1 000 ml.
- c) HNO₃ 65 %;
- d) HNO₃ 0,1 M;
Encerkan 7 ml HNO₃ 65 % dengan air deionisasi dan tepatkan menjadi 1 000 ml.
- e) Larutan standar Cu dan Zn;
 - Larutan standar induk 1 000 mg/l.
 - Larutan standar antara: larutan standar 10 mg/l.
Pipet 1 ml dari larutan standar induk 1000 mg/l, masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan HNO₃ 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol polipropilen.
 - Larutan standar kerja: larutan standar 1 mg/l.
Pipet 5 ml dari larutan standar antara, masukkan kedalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO₃ 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol polipropilen. Larutan standar kerja dibuat dari larutan standar antara yang konsentrasinya disesuaikan dengan daerah kerja alat SSA yang digunakan. Untuk Cu dan Zn umumnya pada kisaran konsentrasi 0,2 µg/ml – 1,6 µg/ml. Larutan standar kerja ini harus dibuat ketika akan melakukan analisis.

6 Preparasi contoh

6.1 Produk basah dan semi basah

Lumatkan/haluskan contoh basah hingga homogen dan tempatkan homogenat dalam wadah polistiren yang bersih dan tertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisis, simpan contoh dalam *refrigerator* atau *freezer* sampai saatnya untuk dianalisis. Pastikan contoh masih tetap homogen sebelum ditimbang. Jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka dilakukan pelumatan ulang sebelum dilakukan analisis.

6.2 Produk kering

Lumatkan/haluskan contoh dengan blender/*homogenizer* hingga menjadi partikel kecil. Tempatkan contoh dalam wadah polistiren yang bersih dan tertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisis, simpan contoh dalam suhu ruang sampai saatnya untuk dianalisis.

7 Prosedur

7.1 Digesti

7.1.1 Pengabuan kering (*dry ashing*)

- a) Timbang 5 gram produk dalam cawan porselen dan catat beratnya (W).
- b) Buat *spiked sampel* Cu 20 µg/g dan Zn 10 µg/g, tambahkan masing-masing 500 µl larutan standar Cu 200 µg/ml dan 500 µl larutan standar Zn 100 µg/ml ke dalam contoh
- c) Uapkan *spiked sampel* di atas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering.
- d) Masukkan sampel dan *spiked sampel* kedalam tungku pengabuan dan tutup separuh permukaannya. Naikkan suhu tungku pengabuan secara bertahap 100 °C setiap 30 menit sampai mencapai 450 °C dan pertahankan selama 18 jam.

- e) Keluarkan sampel dan *spiked* sampel dari tungku pengabuan dan dinginkan pada suhu kamar. Setelah dingin tambahkan 1 ml HNO₃ 65%, goyangkan secara hati-hati sehingga semua abu terlarut dalam asam dan selanjutnya uapkan diatas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering.
- f) Setelah kering masukkan kembali sampel dan *spiked* sampel kedalam tungku pengabuan. Naikkan suhu secara bertahap 100 °C setiap 30 menit sampai mencapai 450 °C dan pertahankan selama 3 jam.
- g) Setelah abu terbentuk sempurna berwarna putih, dinginkan sampel dan *spiked* sampel pada suhu ruang. Tambahkan 5 ml HCl 6 M kedalam masing-masing sampel dan *spiked* sampel, goyangkan secara hati-hati sehingga semua abu larut dalam asam. Uapkan diatas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering.
- h) Tambahkan 10 ml HNO₃ 0,1M dan dinginkan pada suhu ruang selama 1 jam, pindahkan larutan kedalam labu takar 50 ml (polipropilen). Tepatkan sampai tanda batas dengan menggunakan HNO₃ 0,1 M (V) dan larutan siap untuk dibaca pada spektrofotometer serapan atom nyala.

7.1.2 Digesti menggunakan *Microwave Digestion System*

- a) Timbang sampel basah atau semi basah sebanyak 2 g sedangkan untuk sampel kering sebanyak 0,2 – 0,5 g ke dalam tabung sampel (*vessel*) kemudian dicatat beratnya (W).
- b) Untuk *spiked* sampel 20 µg/g Cu dan 10 µg/g Zn, tambahkan masing-masing 200 µl larutan standar Cu 200 µg/g dan Zn 100 µg/g ke dalam sampel kemudian di *vortex*.
- c) Tambahkan secara berurutan 5 ml - 10 ml HNO₃ 65 % dan 2 ml H₂O₂.
- d) Lakukan digesti dengan mengatur program *Microwave Digestion System* (sesuaikan dengan buku panduan *microwave* yang digunakan).
- e) Pindahkan hasil destruksi ke labu takar 50 ml dan tepatkan sampai tanda batas dengan air deionisasi (V) dan larutan siap untuk dibaca pada spektrofotometer serapan atom nyala.

7.2 Pembacaan kurva kalibrasi dan contoh pada SSA

- a) Siapkan larutan standar kerja Cu dan Zn masing-masing minimal 5 (lima) titik konsentrasi.
- b) Baca larutan standar kerja, blanko (E), sampel dan *spiked* sampel pada alat spektrofotometer serapan atom nyala pada panjang gelombang 324,8 nm untuk Cu dan 213,9 nm untuk Zn.

8 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Cu atau Zn } \mu\text{g/g} = \frac{(D - E) \times F_p \times V}{W} \quad (1)$$

Keterangan:

D adalah konsentrasi sampel µg/l dari hasil pembacaan SSA

E adalah konsentrasi blanko sampel µg/l dari hasil pembacaan SSA

F_p adalah faktor pengenceran

V adalah volume akhir larutan sampel yang disiapkan (l), W adalah berat sampel (g)

CATATAN 1 Jika hasil pembacaan konsentrasi sampel dan *spiked* sampel pada SSA lebih tinggi dari konsentrasi larutan standar yang digunakan, maka lakukan pengenceran.

CATATAN 2 µg/g setara dengan mg/kg

9 Pelaporan

- a) Jika angka desimal kurang dari 5 (lima) maka pembulatan ke bawah, tetapi bila lebih dari 5 (lima) pembulatan keatas.

CONTOH 14,454 dibulatkan menjadi 14,45
14,466 dibulatkan menjadi 14,47

- b) Jika angka ke tiga di belakang koma 5 (lima), dan angka kedua genap, maka angka lima tersebut menjadi hilang tetapi bila angka kedua ganjil maka pembulatan ke atas.

CONTOH 14,765 dibulatkan menjadi 14,76
14,475 dibulatkan menjadi 14,48

10 Keamanan dan keselamatan kerja

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan analisis maka perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut:

- Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan analisis.
- Gunakan jas laboratorium dan masker selama bekerja.
- Pastikan *blower* lemari asam dan *blower* SSA berfungsi dengan baik.
- Pastikan aliran gas ditutup kembali setelah selesai analisis.



Lampiran A
(informatif)
Verifikasi penentuan Cu dan Zn

A.1 Verifikasi pengujian Cu dengan pengabuan kering**A.1.1 Uji linearitas**

Uji linieritas dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar kerja Cu: 0,5; 1,0; 2,0 dan 3,0 µg/ml, nilai koefisien regresi yang didapat adalah 0,9999.

A.1.2 Uji batas deteksi Cu

Pengujian blanko tujuh kali ulangan menghasilkan rata-rata konsentrasi 0,633 µg/g dengan SD 0,059 µg/g. Dari data tersebut maka dapat ditentukan batas deteksi (LoD = 0,81 µg/g) dan batas determinasi (LoQ = 0,99 µg/g).

A.1.3 Uji akurasi dan presisi pengujian Cu

Nilai akurasi dan presisi yang diperoleh menggunakan data hasil pengujian bahan baku banding *Certified Reference Material* (CRM) dengan melakukan enam kali ulangan. Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya, akurasi mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya. Hasil dapat dilihat dari nilai perolehan rata-rata sebesar 15,578 atau dibulatkan 15,58 µg/g yang berarti masih masuk dalam rentang nilai yang tertera dalam CRM (DORM-3) sebesar $15 \pm 0,63$ µg/kg. Nilai presisi hasil pengujian dapat dilihat dari nilai persen relatif deviasi (% RSD) sebesar 2,95% yang berarti masih masuk dalam persyaratan dalam Rekomendasi IUPAC tentang Relative Standard Deviation (RSD) dengan persyaratan yang dapat diterima maksimal 32%.

A.1.4 Uji perolehan kembali (*recovery*) pengujian Cu

Uji recovery dengan menguji blanko sampel yang telah dispike larutan standar Cu pada 5 g contoh ikan dengan konsentrasi 100 µg/ml sebanyak 1000 µl, nilai konsentrasi spike 20 µg/g (ppm) dilakukan 7 ulangan.

Diperoleh hasil rata-rata 18,815 µg/g dengan hasil uji rata-rata konsentrasi blanko sampel 0,633 µg/g, bila dibagi dengan nilai konsentrasi spike 20 µg/g maka recovery yang diperoleh sebesar 90,91% yang berarti masih masuk dalam persyaratan *recovery* minimum untuk metode kuantitatif (CD 96/23/2002) yaitu 80% sampai 110%.

A.2 Verifikasi pengujian Zn dengan pengabuan kering**A.2.1 Uji linearitas**

Uji linieritas dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar kerja Zn: 0,6 ; 0,8; 1,0; 2,0 dan 3,0 µg/ml, nilai koefisien regresi yang didapat adalah 0,9997.

A.2.2 Uji batas deteksi Zn

Pengujian blanko tujuh kali ulangan menghasilkan rata-rata konsentrasi 5,480 µg/g dengan SD 0,495 µg/g. Dari data tersebut maka dapat ditentukan batas deteksi (LoD = 6,96 µg/g) dan batas determinasi (LoQ = 8,45 µg/g).

A.2.3 Uji akurasi dan presisi pengujian Zn

Nilai akurasi dan presisi yang diperoleh menggunakan data hasil pengujian bahan baku banding *Certified Reference Material* (CRM) dengan melakukan enam kali ulangan. Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya, akurasi mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya. Hasil dapat dilihat dari nilai perolehan rata-rata sebesar 48,978 atau dibulatkan 48,98% yang berarti masih masuk dalam rentang nilai yang tertera dalam CRM (DORM-3) sebesar $51 \pm 3,1$ mg/kg.

Presisi menunjukkan kesesuaian antara beberapa hasil pengukuran yang diukur dengan cara yang sama, dapat dilihat dari nilai persen relatif deviasi (% RSD) sebesar 0,78% yang berarti sangat baik masuk dalam persyaratan dalam Rekomendasi IUPAC tentang Relative Standard Deviation (RSD) dengan persyaratan yang dapat diterima maksimal 32%.

A.2.4 Uji perolehan kembali (*recovery*) pengujian Zn

Uji *recovery* dengan menguji blanko sampel yang telah dispike larutan standar Zn pada 5 g contoh ikan dengan konsentrasi 100 µg/ml sebanyak 500 µl, nilai konsentrasi spike 10 µg/g (ppm) dilakukan 7 ulangan.

Pengujian sampel yang di tambahkan (spike) dengan larutan standar Zn ke dalam sampel blanko, dilakukan tujuh ulangan. Diperoleh hasil rata-rata 15,097 µg/g dengan hasil uji rata-rata konsentrasi blanko sampel 5,480 µg/g, bila dibagi dengan nilai konsentrasi spike 10 µg/g maka *recovery* yang diperoleh sebesar 96,17%. Berarti masih masuk dalam persyaratan *recovery* minimum untuk metode kuantitatif (CD 96/23/2002) yaitu 80% sampai 110%.

A.3 Verifikasi pengujian Cu dengan *Microwave Digestion System*

A.3.1 Uji linearitas

Uji linieritas dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar kerja Cu: 1.0; 2.0; 3.0; 4.0 dan 5,0 µg/ml, nilai koefisien regresi yang didapat adalah 0,9998.

A.3.2 Uji batas deteksi Cu

Pengujian blanko tujuh kali ulangan menghasilkan rata-rata konsentrasi 0,301 µg/g dengan SD 0,016 µg/g. Dari data tersebut maka dapat ditentukan batas deteksi ($LoD = 0,35$ µg/g) dan batas determinasi ($LoQ = 0,40$ µg/g).

A.3.3 Uji akurasi dan presisi pengujian Cu

Nilai akurasi dan presisi yang diperoleh menggunakan data hasil pengujian bahan baku banding CRM (*Certificate Reference Material*) dengan melakukan tujuh kali ulangan. Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya, akurasi mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya. Hasil dapat dilihat dari nilai perolehan rata-rata sebesar 13,79 µg/g.

Nilai presisi hasil pengujian dapat dilihat dari nilai persen relatif deviasi (% RSD) sebesar 12,07% yang berarti masih masuk dalam persyaratan dalam Rekomendasi IUPAC tentang Relative Standard Deviation (RSD) dengan persyaratan yang dapat diterima maksimal 32%.

A.3.4 Uji perolehan kembali (*recovery*) pengujian Cu

Uji *recovery* dengan menguji blanko sampel yang telah dispike larutan standar Cu pada 5 g contoh ikan dengan konsentrasi 100 µg/ml sebanyak 1000 µl, nilai konsentrasi spike 20 µg/g (ppm) dilakukan 7 ulangan.

Diperoleh hasil rata-rata 11,86 µg/g dengan hasil uji rata-rata konsentrasi blanko sampel 0,301 µg/g, bila dibagi dengan nilai konsentrasi spike 20 µg/g maka recovery yang diperoleh sebesar 57,79%.

A.4 Verifikasi pengujian Zn dengan *Microwave Digestion System*

A.4.1 Uji linearitas

Uji linieritas dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar kerja Zn: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 µg/ml, nilai koefisien regresi yang didapat adalah 0,9995.

A.4.2 Uji batas deteksi Zn

Pengujian blanko tujuh kali ulangan menghasilkan rata-rata konsentrasi 5,591 µg/g dengan SD 0,476 µg/g. Dari data tersebut maka dapat ditentukan batas deteksi (LoD = 7,02 µg/g) dan batas determinasi (LoQ = 8,45 µg/g).

A.4.3 Uji akurasi dan presisi pengujian Zn

Nilai akurasi dan presisi yang diperoleh menggunakan data hasil pengujian bahan baku banding *Certified Reference Material* (CRM) dengan melakukan enam kali ulangan. Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya, akurasi mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya. Hasil dapat dilihat dari nilai perolehan rata-rata sebesar 50,97% yang berarti masih masuk dalam rentang nilai yang tertera dalam CRM (DORM-3) sebesar $51 \pm 3,1$ mg/kg.

Presisi menunjukkan kesesuaian antara beberapa hasil pengukuran yang diukur dengan cara yang sama, dapat dilihat dari nilai persen relatif deviasi (% RSD) sebesar 13,68% yang berarti sangat baik masuk dalam persyaratan dalam Rekomendasi IUPAC tentang Relative Standard Deviation (RSD) dengan persyaratan yang dapat diterima maksimal 32%.

A.4.4 Uji perolehan kembali (*recovery*) pengujian Zn

Uji *recovery* dengan menguji blanko sampel yang telah dispike larutan standar Zn pada 5 g contoh ikan dengan konsentrasi 100 µg/ml sebanyak 500 µl, nilai konsentrasi spike 10 µg/g (ppm) dilakukan 7 ulangan.

Pengujian sampel yang di tambahkan (*spiked*) dengan larutan standar Zn ke dalam sampel blanko, dilakukan tujuh ulangan. Diperoleh hasil rata-rata 15,26 µg/g dengan hasil uji rata-rata konsentrasi blanko sampel 5,591 µg/g, bila dibagi dengan nilai konsentrasi spike 10 µg/g maka recovery yang diperoleh sebesar 96,72%. Berarti masih masuk dalam persyaratan *recovery* minimum untuk metode kuantitatif (CD 96/23/2002) yaitu 80% sampai 110%.

Bibliografi

Determination of Metals in Foods by Atomic Absorption Spectrophotometry after Dry Ashing : NMKL Collaborative Study. Journal of AOAC International 2000, Vol 83, no. 5, pp 1204 – 1211.

Lead, Cadmium, Zink, Copper, and Iron in Foods by Atomic Absorption Spectrophotometry after Microwave Digestion: Official Methods of Analysis AOAC International 2005, 17th Ed 2005. Volume I. Chapter 9 p 17 – 22.

